



TITLE:

Formation Mechanisms of Fine/Ultra-fine Grains in Metals Highly Deformed by Torsion at Various Temperatures and Strain Rates(Abstract_要旨)

AUTHOR(S):

Reza, Gholizadeh

CITATION:

Reza, Gholizadeh. Formation Mechanisms of Fine/Ultra-fine Grains in Metals Highly Deformed by Torsion at Various Temperatures and Strain Rates. 京都大学, 2017, 博士(工学)

ISSUE DATE:

2017-09-25

URL:

<https://doi.org/10.14989/doctor.k20703>

RIGHT:

学位規則第9条第2項により要約公開; 許諾条件により本文は2020-09-30に公開

京都大学	博士（ 工学 ）	氏名	REZA GHOLIZADEH
論文題目	Formation Mechanisms of Fine/Ultra-fine Grains in Metals Highly Deformed by Torsion at Various Temperatures and Strain Rates （種々の温度・ひずみ速度で強加工された金属における微細粒・超微細粒組織の形成機構）		
<p>（論文内容の要旨）</p> <p>本論文は、2種類の異なる金属・合金に対して一定温度・ひずみ速度下での巨大ひずみ加工をねじり試験により施し、超微細粒組織の形成過程を系統的に調べた実験研究結果を取りまとめたものであり、5章から成っている。</p> <p>第1章は序論であり、本研究の背景と目的を示している。構造用金属材料とは力学特性を主たる目的機能とする材料であり、第一義的には十分な強度を有することが必要となる。バルク金属材料のほとんどは多数の結晶粒により構成される多結晶体であるが、多結晶金属の平均結晶粒径 (d) と降伏応力 (σ_y) など強度の間には、σ_y=σ₀+k d^{1/2} (σ₀, k は定数) と表現される Hall-Petch の関係が経験的に成り立つことが知られており、結晶粒を微細にすれば高強度化が期待できる。また結晶粒微細化は、材料の延性-脆性遷移温度を低下させるなど、靱性の改善にも効果的である。一方、これまでに用いられている金属材料の最小平均粒径は約 10 μm であり、結晶粒微細化強化の恩恵は、実質的にはあまり活かされていなかった。それに対して近年、巨大ひずみ加工 (Severe Plastic Deformation) によってバルク金属材料の平均結晶粒径を 1 μm 以下のナノメートル・スケールに超微細化することが可能となり、超微細粒金属材料（あるいはバルクナノメタル (Bulk Nanostructured Metals)）に関する研究がきわめて活発に行われている。超微細粒材料は、同じ化学組成の粗大粒材料の3～4倍以上に達する高強度や優れた靱性を示すなど、さらなる高強度化が常に要求され続けている構造用金属材料分野において、次世代の先進高強度材として大きな期待を受けている。従来の金属材料の結晶粒微細化は、塑性変形（加工）後に材料を高温で焼鈍熱処理し、熱処理中に生じる再結晶現象を利用して達成されてきた。しかし、巨大ひずみ加工は多くの場合室温等の低温で実施され、焼鈍を施さないにもかかわらず粒径サブミクロンの超微細粒組織が得られる。この場合の結晶粒微細化は、従来の再結晶とは大きく異なり、塑性変形中の grain subdivision 機構によるものであると理解されている。一方、巨大ひずみ加工時の超微細粒組織の形成に及ぼす加工温度およびひずみ速度の影響はほとんど明らかになっていない。本研究では、巨大ひずみ加工時の超微細粒組織形成に及ぼす加工温度とひずみ速度、ひずみの影響を幅広い変形条件下で系統的に解明し、超微細粒組織制御の学理を明確にすることを目的とした実験研究を行っている。本研究は、回復型、再結晶型と呼ばれる異なる変形・復旧挙動を示す金属材料に対して連続的なねじり変形によって試料に巨大ひずみ加工を施し、形成される内部組織を先端的手法を用いて詳細に観察・解析することによって超微細粒組織の形成機構を系統的に明らかにしようとする点に特徴がある。</p> <p>第2章では、IF 鋼の巨大ひずみ加工時の超微細粒組織形成に及ぼす変形温度とひずみ速度の影響を明らかにするために、種々の温度・ひずみ速度下で相当ひずみ5～7までのねじりによる巨大ひずみ加工実験を行っている。加工時の応力-ひずみ曲線を解析し、変形の活性化エネルギー383 kJ/mol を得るとともに、変形応力と温度補償ひずみ速度 (Zener-Hollomon 因子: Z) との関係を定式化した。</p>			

京都大学	博士（工学）	氏名	REZA GHOLIZADEH
<p>また巨大ひずみ加工材の微視組織を SEM/EBSD により解析し、大角粒界の割合、微細粒のアスペクト比、粒径といった組織パラメータと Z 因子（あるいは変形応力）の間の相関を明らかにしている。これらの結果より、変形応力と Z 因子の関係は単一ではなく二つの領域とその間の遷移領域に区別でき、低 Z 条件では大きな軟化が観察されそれは動的回復と粒界移動によるものであること、Z 因子の減少とともに組織形態がラメラ状伸長超微細粒組織からより等軸形状の粒組織に変化し、一方大角粒界に囲まれた微細粒の割合は減少することを見出している。</p> <p>第 3 章では、第 2 章の結果を踏まえて幾つかの典型的な変形温度とひずみ速度を選び、それらの条件下で種々のひずみ量までねじり試験を実施した試料の SEM/EBSD、SEM/BSE、および TEM による詳細な組織観察を系統的に行い、微視組織の発達過程を局所的な集合組織とも関連させて明らかにしている。得られた結果より、いずれの温度・ひずみ速度においても、変形初期～中期の組織形成過程は grain subdivision により理解できると結論づけている。しかし組織の微細化は必ずしも試料中で均一に起こるのではなく、初期粒界近傍や特定方位の結晶粒内で優先的に生じる。その結果、低 Z 変形条件（高温、低ひずみ速度）の場合には、ある局所領域で大角粒界に囲まれた微細粒が形成されると、速やかに粒界移動が生じてその結晶粒が粗大化（粒成長）し、その結果等軸粒領域と動的回復現象によって形成される小角粒界の多い粗大組織領域（変形組織領域）からなる不均一な組織に変化してゆくことを明らかにしている。低 Z 域における等軸結晶粒の形成と粗大化からなる組織形成過程は、動的再結晶と呼ぶことができる。</p> <p>第 4 章では、SUS304 鋼を用いて同様のねじり試験と組織観察を行うことにより、中程度以下の積層欠陥エネルギーを有し、高温変形時の挙動が再結晶型に分類される FCC 金属における組織形成過程を明らかにしようとしている。得られた結果より、これら FCC 金属でも組織形成の基本機構は回復型金属である IF 鋼と同様であり、まず grain subdivision による微細化が局所的に進行する。一方これら FCC 金属では、初期粒界・大角粒界のバルジングや大角粒界に囲まれた微細粒の粒界移動・粒成長が生じやすく、等軸微細粒組織（典型的な動的再結晶組織）が形成される変形条件が拡大する。これは、SUS404 鋼に代表される FCC 金属では、動的回復が起こりにくく、粒界移動及び再結晶の駆動力が高くなるためであると考察している。</p> <p>第 5 章は総括であり、本研究で得られた結果を要約しまとめている。</p>			

(論文審査の結果の要旨)

本論文は、BCC 結晶構造を有するフェライト鋼 (IF 鋼) と FCC 結晶構造を有するオーステナイト鋼 (SUS304 鋼) という、変形・復旧挙動の異なる 2 種類の金属・合金に対して、種々の温度・ひずみ速度下でのねじり試験による巨大ひずみ加工を施し、変形に伴う超微細粒組織の形成過程を系統的に調べた実験研究結果を取りまとめたものであり、得られた主な成果は次の通りである。

1. BCC フェライト鋼 (IF 鋼) の巨大ひずみ加工時の超微細粒組織形成に及ぼす変形温度とひずみ速度の影響を系統的に明らかにした。種々の温度・ひずみ速度加工時の応力-ひずみ曲線を解析し、変形応力と温度補償ひずみ速度 (Zener-Hollomon 因子: Z) との関係を定式化した。巨大ひずみ加工材の微視組織を SEM/EBSD により解析し、組織パラメータと Z 因子の間の相関性を明らかにした。これらの結果より、BCC 鋼の巨大ひずみ加工時の微細組織形成は変形応力 (Z 因子) により整理でき、変形応力の大きさに応じて三つの異なる領域に分類できることを見出した。

2. 三つの異なる変形領域の典型的な変形条件 (温度、ひずみ速度) を選び、種々のひずみ量までねじり試験を実施することによって、微視組織の発達過程を局所的な集合組織とも関連させて明らかにした。得られた結果より、いずれの温度・ひずみ速度においても、変形初期～中期の組織形成過程は基本的に grain subdivision により理解できることを見出した。また組織の微細化は必ずしも試料中で均一に起こるのではなく、中程度以下の変形応力 (Z 因子: 高温、低ひずみ速度) 条件下では、等軸粒領域と小角粒界の多い粗大組織領域 (変形組織領域) からなる不均一な組織に変化していくこと、そしてそれらは部分的な動的再結晶現象と考えられることを指摘している。

3. 高温変形時の挙動が再結晶型に分類される FCC オーステナイト鋼 (SUS304 鋼) における組織形成過程を明らかにし、BCC フェライト鋼と比較することによって微視組織形成過程の特徴を明らかにしている。FCC オーステナイト鋼でも組織形成の基本機構は BCC フェライト鋼と同様であり、まず grain subdivision による微細化が局所的に進行することを明らかにした。しかし FCC オーステナイト鋼では、等軸微細粒組織 (典型的な動的再結晶組織) が形成される変形条件が拡大することを明確に示している。これは、動的回復が起こりにくく、粒界移動及び再結晶の駆動力が高くなるためであると考察している。

以上の成果をまとめた本論文は、巨大ひずみ加工に伴う超微細粒組織の形成過程を様々な一定温度・ひずみ速度下で系統的に調査し、変形条件 (または変形応力) と組織形成過程の関係を広範囲に明らかにするとともに、回復型と再結晶型に分類される 2 種類の金属の間の類似点と相違点を初めて明確に示したものであり、学術上寄与するところが少なくない。本論文で得られた成果は、金属材料の大加工時の微細組織制御のための指針的な役割を果たすことも期待される。よって、本論文は博士 (工学) の学位論文として価値あるものと認める。また、平成 29 年 8 月 31 日、論文内容とそれに関連した事項について試問を行って、申請者が博士後期課程学位取得基準を満たしていることを確認し、合格と認めた。

なお、本論文は、京都大学学位規程第 14 条第 2 項に該当するものと判断し、公表に際しては、(平成 32 年 9 月 29 日までの間) 当該論文の全文に代えてその内容を要約したものとすることを認める。